

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of: )  
Katsunori NAKASHIMA )  
Serial No.: to be assigned )  
Filed: April 22, 2004 )

For: APPARATUS AND METHOD FOR SUPPLYING CRYSTALLINE MATERIALS IN  
CZOCHRALSKI METHOD

**CLAIM OF PRIORITY**

Commissioner of Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Applicant for the above-identified application, by his attorney, hereby claims the priority date under the International Convention of Japanese Patent Application No. 2003-138337, filed May 16, 2003, and acknowledged in the Declaration of the subject application. A certified copy of the Application is attached.

Respectfully submitted,

CLARK & BRODY

By



Christopher W. Brody  
Reg. No. 33,613

1750 K Street, NW, Suite 600  
Washington, DC 20006  
Telephone: 202-835-1111  
Facsimile: 202-835-1755  
Docket No.: 12054-0026  
Date: April 22, 2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年 5月16日  
Date of Application:

出願番号 特願2003-138337  
Application Number:

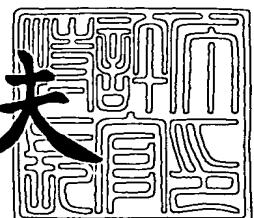
[ST. 10/C] : [JP 2003-138337]

出願人 三菱住友シリコン株式会社  
Applicant(s):

2003年12月26日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 KP1081

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 15/02

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目 2番 1号 三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 中島 勝則

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目 2番 1号 三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 鎌流馬 達也

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目 2番 1号 三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 山中 文男

【特許出願人】

【識別番号】 302006854

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目 2番 1号

【氏名又は名称】 三菱住友シリコン株式会社

【代表者】 森 禮次郎

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 168115

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 CZ原料供給装置及びその方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 CZ法による単結晶育成における、ルツボ内の溶融原料に粒塊状の固体原料を追加チャージする原料供給装置において、固体原料を追加チャージする原料容器は、径の異なる2つの筒状の原料容器からなり、内側の原料容器は外側の原料容器に挿入され、内側の原料容器の下部の開口部分は、外側の原料容器で閉塞され、内側の原料容器に固体原料が充填されていることを特徴とするCZ原料供給装置。

【請求項2】 請求項1に記載のCZ原料供給装置において、原料容器を構成する材料が、石英、SiC、表面をSiCでコートした炭素部材のいずれかにより形成されていることを特徴とするCZ原料供給装置。

【請求項3】 請求項1乃至請求項2に記載のCZ原料供給装置において、原料容器の下部の開口部分が閉塞された状態に粒塊状の固体原料を充填し、ルツボ内の原料融液の上に吊り下げ、且つ、所定の高さまで移動すると、外側の原料容器のみスライドして下部が開放されることによりできる開口部から、ルツボ内に粒塊状の固体原料を供給することを特徴とするCZ原料供給方法。

【請求項4】 請求項3に記載のCZ原料供給方法において、原料容器に充填する固体原料は、下層部分に粒径サイズが25mm径以下の原料を充填し、最初は、ルツボ内の原料融液表面を固化させない状態に、その粒径の小さい原料からルツボ内に供給を開始し、ルツボ内の原料融液は固体原料を供給し続けることで融液温度を下げ、融液表面を固化した状態とし、そこにさらに原料容器内の原料を供給していくことを特徴とするCZ原料供給方法。

【請求項5】 請求項3乃至請求項4に記載のCZ原料供給方法において、ルツボ内の溶融原料に原料容器から固体原料を供給する際、ルツボを回転させつつ固体原料を供給することを特徴とするCZ原料供給方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、チョクラルスキー法（以下CZ法と記す）による単結晶育成における原料融液の形成に用いられるCZ原料供給及びその方法の実施に使用されるCZ原料供給治具に関し、更に詳しくは、リチャージや追加チャージにおける固体原料の投入に用いられるCZ原料供給装置に関する。

### 【0002】

#### 【従来の技術】

CZ法によるシリコン単結晶育成においては、周知のとおり、ルツボ内に初期チャージされた固体の多結晶シリコンを、ヒータを用いた加熱によって溶融する。このようにしてルツボ内に原料融液が形成されると、種結晶をルツボ内の原料融液に浸漬し、この状態から種結晶及びルツボを回転させながら種結晶を上昇させることにより、種結晶の下方に円柱形状のシリコン単結晶を育成する。ルツボ内に初期チャージされる固体原料としては、多結晶シリコンロッド、塊、粒等が単独又は複合で使用される。

### 【0003】

このようなシリコン単結晶育成においては、ルツボ内に初期チャージされた固体原料を溶融すると、その体積が減少し、ルツボの容積に比して原料融液量が制限されることにより、生産性の低下を余儀なくされる。これを回避するために、ルツボ内への原料のチャージ量を多くすることが考えられており、その一つとして追加チャージと呼ばれる技術が開発されている。

### 【0004】

追加チャージでは、ルツボ内に初期チャージされた固体原料を溶融した後、ルツボ内の原料融液に固体原料を追加投入する。ここにおける原料投入形態の一つとして、炉内に挿入された原料供給管を用いて、粒塊状の固体原料をルツボ内の原料融液に追加投入するものがある。粒塊状の固体原料をルツボ内の原料融液に追加投入することにより、ルツボ内の原料融液量が増加し、ルツボの容積を有効に活用することができ、生産性が向上する。（例えば、特許文献1、特許文献2）。

### 【0005】

#### 【特許文献1】

特開平09-208368号公報

【特許文献2】

特開平11-236290号公報

【0006】

また、ルツボコストの低減を目的として、リチャージと呼ばれる原料供給も行われる。これは、単結晶を引き上げ単結晶を取り出した後に、ルツボ内の残留融液に固体原料を追加投入することにより、ルツボ内に所定量の原料融液を再形成して、単結晶の引き上げを繰り返し、ルツボ1個当たりの結晶引き上げ本数を多くする技術である。ここにおける固体原料の追加がリチャージであり、前述した追加チャージと同様に生産性を向上する技術である。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、追加チャージやリチャージにおける多結晶シリコン棒の固体原料使用は、粒塊状の多結晶原料に比べて高価であり、急加熱によるクラック発生の危険性もあり、尚且つ溶解に時間がかかる。また、原料供給管を用いて粒塊状の固体原料をルツボ内の原料融液に追加投入する従来の原料供給方法においては、固体原料投入に伴って原料融液の液跳ねが発生し、原料融液の飛沫がチャンバ内の部品に付着して部品の寿命を短くするとか、単結晶の育成に悪影響を及ぼすといった問題が生じる。

本発明の目的は、原料費が安く、しかも急加熱による多結晶シリコン棒のクラック発生の危険がない粒塊状の固体原料を、ルツボ内の原料融液に静的に追加投入出来るCZ原料供給に使用されるCZ原料供給装置、及びその方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、本発明の第一の発明では、CZ法による単結晶育成における、ルツボ内の溶融原料に粒塊状の固体原料を追加チャージする原料供給装置において、固体原料を追加チャージする原料容器は、径の異なる2つの筒状の原料容器からなり、内側の原料容器は外側の原料容器に挿入され、内側の原

料容器の下部の開口部分は、外側の原料容器で閉塞され、内側の原料容器に固形原料が充填されていることを特徴とする。

#### 【0009】

本発明の第二の発明では、請求項1に記載のCZ原料供給装置において、原料容器を構成する材料が、石英、SiC、表面をSiCでコートした炭素部材のいずれかにより形成していることを特徴とする。

#### 【0010】

本発明の第三の発明では、請求項1乃至請求項2に記載のCZ原料供給装置において、原料容器の下部の開口部分が閉塞された状態に粒塊状の固形原料を充填し、ルツボ内の原料融液の上に吊り下げ、且つ、所定の高さまで移動すると、外側の原料容器のみスライドして下部が開放されることによりできる開口部から、ルツボ内に粒塊状の固形原料を供給することを特徴とする。

#### 【0011】

本発明の第四の発明では、請求項3に記載のCZ原料供給方法において、原料容器に充填する固形原料は、下層部分に粒径サイズが25mm径以下の原料を充填し、最初は、ルツボ内の原料融液表面を固化させない状態に、その粒径の小さい原料からルツボ内に供給を開始し、ルツボ内の原料融液は固形原料を供給し続けることで融液温度を下げ、融液表面を固化した状態とし、そこにさらに原料容器内の原料を供給していくことを特徴とする。

#### 【0012】

本発明の第五の発明では、請求項3乃至請求項4に記載のCZ原料供給方法において、ルツボ内の溶融原料に原料容器から固形原料を供給する際、ルツボを回転させつつ固形原料を供給することを特徴とする。

#### 【0013】

##### 【発明の実施の形態】

以下に本発明の実施形態を図面に基づいて詳細に説明する。図1は装置の一実施形態を示す概念図であり、(a)は、原料容器に粒塊状の固形原料を充填した状態、(b)は、固形原料を投入している状態である。図2は、同CZ原料供給装置の原料容器底面図及び原料容器主要部の縦断面図である。

**【0014】**

本実施形態で使用されるCZ炉は、図1に示すように、炉体としてメインチャンバ1、プルチャンバ2及びゲートバルブ13を備えている。プルチャンバ2は、メインチャンバ1より小径で、メインチャンバ1の中心部上にゲートバルブ13を介して重ねられる。ゲートバルブ13はメインチャンバ1内とプルチャンバ2内とを連通、且つ遮断可能となっており、ゲートバルブ13の径はプルチャンバ2より小径である。

**【0015】**

メインチャンバ1内の中心部にはルツボ3が配置されている。ルツボ3は、内側の石英3aと外側の黒鉛ルツボ3bを組み合わせた二重構造であり、ペディスタイルと呼ばれる支持軸4上にルツボ受けを介して支持されている。支持軸4は、ルツボ3を軸方向及び周方向に駆動する。ルツボ3の外側にはヒータ5が配置されている。ヒータ5の更に外側には、断熱材6が、メインチャンバ1の内面に沿って配置されている。

**【0016】**

プルチャンバ2内には、引上軸7が垂下されている。引上軸7は、プルチャンバ2の最上部に設けられた、図示されない駆動機構により、回転駆動され且つ昇降駆動される。

**【0017】**

多結晶シリコンからなる固体原料を初期チャージしたルツボ3をメインチャンバ1内の所定位置にセットして、ヒータ5に電力を供給すると、この固体原料が溶融され融液12となる。

**【0018】**

原料容器10は、図1、図2に示すように、2重の円筒体からなり、その材質は石英である。内側の原料容器10aの外径は、外側の原料容器10bの内径よりも小さく、内側の原料容器10aは外側の原料容器10bに挿入されスライド可能となっており、内側の原料容器10aの底面の開口部18は、外側の原料容器10bの閉塞部10cにより閉止される。同様に外側の原料容器10bの底面

の開口部19は、内側の原料容器10aの閉塞部10dにより閉止される。そして、内側の原料容器10a内に粒塊状の多結晶シリコンからなる固体原料11が内側原料容器の上部開口部28より充填される。

#### 【0019】

ルツボ3内の初期チャージの固体原料溶融が終わった後、固体原料11が充填された原料容器10を、引上軸の下端に連結されたハンガー8にワイヤ9を介して、原料融液12を形成したルツボ3の上方に吊す。ルツボ3内の固体原料11が溶融することにより、その原料の体積が減少することは前述したとおりである。

#### 【0020】

原料容器10を降下させると、内側の原料容器10aの掛止部分30が、ゲートバルブ13内の径が小さくなった部分に当たり内側の原料容器10aの降下が止まる。更にその位置から外側の原料容器10bのみを降下させ、内側の原料容器の開口部18及び外側の原料容器の開口部19が共に開放されると、原料容器10内の粒塊状の固体原料11が自重により落下して、原料融液12に投入される。

#### 【0021】

このとき、原料容器10内に充填した固体原料11は、下層部分に粒径サイズ25mm以下の粒塊状原料を充填している。最初は、原料融液12の表面が固化していない状態に、原料容器10の底蓋の開放して下層部分小サイズの粒塊状原料を投入する。この時点では、粒径が小さく且つ液面からの距離が短い（液面より100mm以下）為、液跳ねは生じない。さらに、固体原料11の投入を続けていくと原料融液12の温度が下がり、融液表面が固化し、その上に固体原料11が投入されるため、固体原料11の投入に伴うルツボ3内の原料融液のヒータ5など部品への液跳ねが生じない。

#### 【0022】

このようにして、追加チャージする原料費が安く、しかも急加熱によるクラックの危険がない粒塊状の固体原料11がルツボ3内に追加される。

#### 【0023】

固体原料11の投入が終わると、原料容器10を上方に引き上げ、プルチャンバ2外へ取り出す。ルツボ3内の原料融液量が目標値に達しない場合は、別の原料容器10を使用して固体原料11の投入を繰り返す。追加チャージが終わり、ルツボ3内の原料融液量が目標に達すると、引上軸7の下端に連結されたハンガー7を種結晶に付け替え、単結晶の引上げ操作を開始する。

#### 【0024】

リチャージの場合も同様にルツボ3内の原料融液12に粒塊状の固体原料11が追加投入される。

#### 【0025】

図3は、本発明の別の一実施形態を示す原料容器の平面図及び断面図であり、原料容器20は2重の角筒体からなっており、内側の原料容器20aは外側の原料容器20bに挿入されスライド可能となっている。内側の原料容器20aの底面の開口部21は、外側の原料容器20bの閉塞部20cにより閉止される。同様に外側の原料容器20bの底面の開口部22は、内側の原料容器20aの閉塞部20dにより閉止される。そして、内側の原料容器20a内に粒塊状の多結晶シリコンからなる固体原料11が内側原料容器上部の開口部29より充填される。

#### 【0026】

図4は、更に本発明の別の一実施形態を示す原料容器主要部の立体図であり、原料容器14は2重の円筒体からなっており、内側の原料容器14aは外側の原料容器14bに挿入され、スライド可能となっている。外側の原料容器14bは、単純な円筒形であり、これにより内側の原料容器14aの側面に設けられた逆U字型の固体原料11投入用の開口部23が閉止される。内側の原料容器14aの底面には、固体原料11投入後の残留を防止する為、逆V字型の形状を付けた底蓋が設けられており、その開口部23は外側の原料容器14bに挿入されることにより塞がれる構造となっている。内側の原料容器14aは、上部に専用のハンガー8を介して、引上軸7に連結され、このとき外側の原料容器14bは、容器の外面に図示しない掛止装置を装備しており、内側の原料容器14aに抱えられた状態となる。

### 【0027】

図5は、更に本発明の別の一実施形態を示す原料容器の断面図であり、原料容器15は2重の角筒体からなっており、内側の原料容器15aは外側の原料容器15bに挿入されスライド可能となっている。内側の原料容器15aの底面の開口部24は、外側の原料容器15bの閉塞部15cにより閉止される。同様に外側の原料容器15bの底面の開口部25は、内側の原料容器15aの閉塞部15dにより閉止される。内側の原料容器15aの閉塞部15dは、固体原料11投入後の残留を防止する為、逆V字型の形状が付けられている。

### 【0028】

図6は、更に本発明の別の一実施形態を示す原料容器の断面図であり、原料容器15は2重の角筒体からなっており、内側の原料容器16aは外側の原料容器16bに挿入されスライド可能となっている。内側の原料容器16aの底面の開口部26は、外側の原料容器16bの閉塞部16cにより閉止される。同様に外側の原料容器16bの底面の開口部27は、内側の原料容器17aの閉塞部17dにより閉止される。外側の原料容器16bの閉塞部16cは、固体原料11投入後の残留を防止する為、逆V字型の形状が付けられている。

### 【0029】

#### 【実施例】

次に、本発明の実施例を説明する。直径が22インチのルツボ3を使用して直径が8インチのシリコン単結晶を育成するに当たり、上述した方法により原料供給を行った。具体的には、ルツボ3内に100kgの多結晶シリコンのロッド、塊、粒を複合して初期チャージした。続いて以下のCZ原料供給装置により追加チャージを行なった。

### 【0030】

原料容器は、2重構造で底蓋部分がV字型形状になっている。内側の原料容器10aの内径が160mm、長さが1000mm、石英製の円筒体で、底面の約36.6%が閉塞されている（開口面積は閉塞部10dの約1.73倍）。閉塞部10dの角度は約45度、その対面の底面開口部18は、閉塞部10dとは逆に約45度にカットされており、開口部18の頂点は閉塞部10dの頂点より約

10mm低い、そこで閉塞部10d下端と開口部18の下端には段差が生じているので、その部分は垂直な壁（固定蓋）が設けられている。内側の原料容器10aの中間より上の高さで容器の外面に図示しない掛止装置を装備している。また、外側の原料容器10bの内径は、内側の原料容器10aの外径より約10mm大きく、長さは内側の原料容器10aより短く、内側の原料容器10aを挿入して底蓋を閉じた状態で外側の原料容器10bの上端部分が内側の原料容器10aの掛止装置部分より下になる長さの石英製の円筒体で、底面は内側の原料容器14aの開口部18に蓋をするために、約38.0%が閉塞されており（開口面積は閉塞部分の約1.63倍）その角度は約45度となっている。その閉塞面の対面の一部分は、内側の原料容器10aの支えの一部として45度の角度で閉塞している。外側の原料容器10bの上部には吊り下げ用のワイヤ9を通すために水平方向に穴（図示せず）が複数あけられている。

### 【0031】

内側の原料容器10aは、外側の原料容器10bに挿入され内側の原料容器10aの底部開口部18を外側の原料容器10bで蓋をして、その中に粒塊状原料5mm～25mm径サイズのもの20kgを充填した。

### 【0032】

ルツボ3内に初期チャージされた固体原料11の溶融を完了した後、原料を充填した原料容器10を複数のワイヤ9を介し専用のハンガー8を用いて引上軸7に連結しルツボ3上に吊した。このとき複数のワイヤ9は、外側の原料容器10bにつながれており、内側の原料容器10aは、外側の原料容器10bに抱えられた状態である。それを、所定の高さまで下げゲートバルブ13の掛止部分30で内側の原料容器10aが止まると、そこから30mm～35mm下げて底蓋を開放して中の原料をルツボ3内へ供給を開始した。原料の供給を続けるとルツボ3内に初期チャージされた原料融液12は冷やされて融液の表面が固化した。外側の原料容器10bを更に10mm～15mm下げ、中の原料を全てルツボ3内に供給した。このとき、ルツボ3は10rpmで回転させた。

### 【0033】

供給完了後、原料容器10をチャンバ外に取り出し、ルツボ3内に供給された

固体原料 11 は、初期チャージ同様の要領で溶融を完了させた。

#### 【0034】

固体原料 11 が、原料容器 10 よりルツボ 3 内の原料融液 12 に供給されるとき、固体原料 11 がルツボ 3 の周方向に偏って投入されるようであれば、図 2 に示すように、原料容器 10 にカバー 17 を外側の原料容器 10b の下端部分に取り付けることにより、偏った供給の問題を解決出来る。また、カバー 17 は、ヒータ 5 等部品への液跳ねも防止できる。

#### 【0035】

##### 【発明の効果】

以上説明したとおり、本発明の CZ 原料供給装置、及び方法は、追加チャージする原料費が安く、しかも急加熱によるクラックの危険がない粒塊状の固体原料を、ルツボ内の原料融液に静的に追加投入出来る。且つ小さいサイズの固体原料を先に投入することにより、原料融液の液跳ねを抑えることが可能となる。その結果、液跳ねによるヒータ等の部品の短命化という問題を解決できる。

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図 1】

本発明の一実施形態を示す CZ 原料供給装置の概念図である。

##### 【図 2】

図 1 の CZ 原料供給装置に使用される原料容器の底面図及び縦断面図である。

##### 【図 3】

本発明の別の一実施形態を示す原料容器の平面図及び断面図である。

##### 【図 4】

更に本発明の別の一実施形態を示す原料容器主要部の立体図である。

##### 【図 5】

更に本発明の別の一実施形態を示す原料容器の断面図である。

##### 【図 6】

更に別の CZ 原料供給方法に使用される原料容器の断面図である。

##### 【符号の説明】

1 メインチャンバ

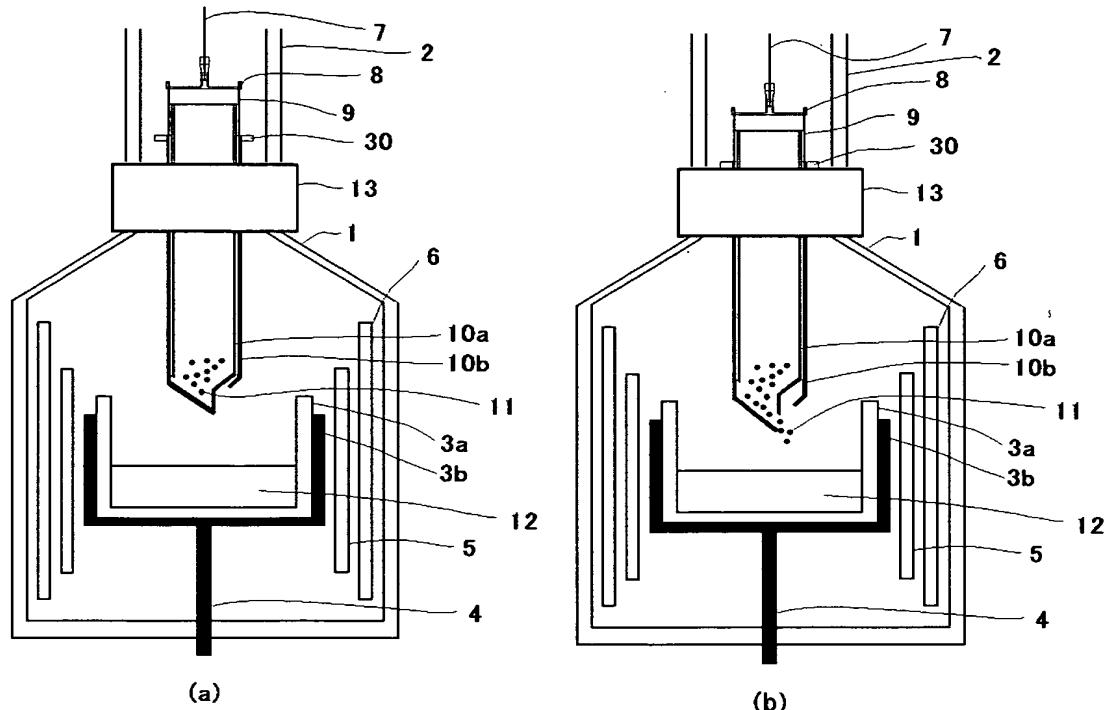
- 2 プルチャンバ
- 3 ルツボ
- 4 支持軸
- 5 ヒータ
- 6 断熱材
- 7 引上軸
- 8 ハンガー
- 9 ワイヤ
- 10 a 内側の原料容器
- 10 b 外側の原料容器
- 10 c 外側の原料容器の閉塞部
- 10 d 内側の原料容器の閉塞部
- 11 固形原料
- 12 原料融液
- 13 ゲートバルブ
- 14 a 内側の原料容器
- 14 b 外側の原料容器
- 15 a 内側の原料容器
- 15 b 外側の原料容器
- 15 c 外側の原料容器の閉塞部
- 15 d 内側の原料容器の閉塞部
- 16 a 内側の原料容器
- 16 b 外側の原料容器
- 16 c 外側の原料容器の閉塞部
- 16 d 内側の原料容器の閉塞部
- 17 カバー
- 18 内側原料容器の開口部
- 19 外側原料容器の開口部
- 20 a 内側の原料容器

- 20 b 外側の原料容器
- 20 c 外側の原料容器の閉塞部
- 20 d 内側の原料容器の閉塞部
- 21 内側の原料容器の開口部
- 22 外側の原料容器の開口部
- 23 内側の原料容器の開口部
- 24 内側の原料容器の開口部
- 25 外側の原料容器の開口部
- 26 内側の原料容器の開口部
- 27 外側の原料容器の開口部
- 28 内側原料容器上部の開口部
- 29 内側原料容器上部の開口部
- 30 掛止部分

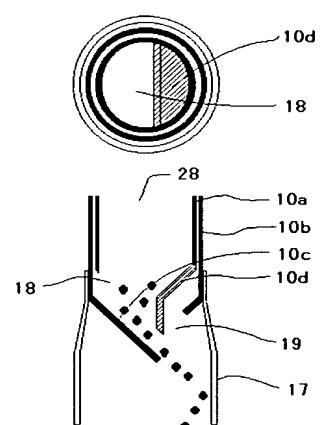
【書類名】

図面

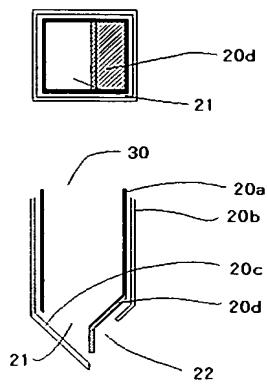
【図 1】



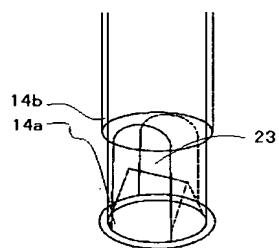
【図 2】



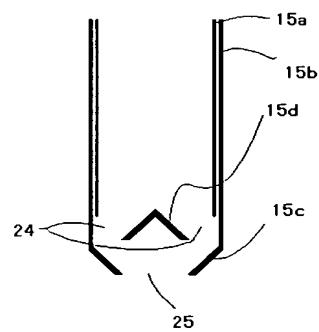
【図3】



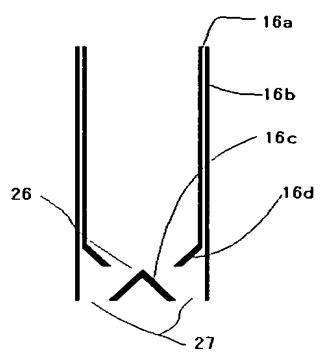
【図4】



【図5】



【図 6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 追加チャージする原料費が安く、しかも急加熱によるクラックの危険がない粒塊状の固体原料を、ルツボ内の原料融液を固化させることなく、その原料融液に静的に追加チャージする。

【解決手段】 サイズの異なる2つの筒状の原料容器からなり、内側の原料容器は外側の原料容器に挿入され、内側の原料容器の下部の開口部分を、外側の原料容器で蓋をする構造となっており、下部の開口部分が蓋をされた後、粒塊状の固体原料が充填される。下部開口部分に蓋をした状態で、固体原料が充填された原料容器はルツボ内の原料融液の上に吊され且つ所定の高さまで移動させると、原料容器の蓋が開放される。その結果、原料容器内の粒塊状の固体原料が、ルツボ内の原料融液に供給される。

【選択図】 図1

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願2003-138337
受付番号	50300815838
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成15年 5月19日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

【提出日】	平成15年 5月16日
-------	-------------

次頁無

特願 2003-138337

出願人履歴情報

識別番号 [302006854]

1. 変更年月日 2002年 1月31日

[変更理由] 新規登録

住所 東京都港区芝浦一丁目2番1号  
氏名 三菱住友シリコン株式会社